

**STABILIZER FOR METHYLDIALKOXYSILANE AND STABILIZING METHOD**

Publication number: JP6220417

Publication date: 1994-08-09

Inventor: NISHINO YUJI; YAMAMOTO AKIRA; ENDO MIKIO

Applicant: SHINETSU CHEMICAL CO

Classification:

- International: **C07F7/18; C08K5/54; C09K3/00; C09K3/00; C07F7/00; C08K5/00; C09K3/00; C09K3/00; (IPC1-7): C09K3/00; C08K5/54**

- european:

Application number: JP19930008091 19930121

Priority number(s): JP19930008091 19930121

Report a data error here

**Abstract of JP6220417**

**PURPOSE:** To obtain a stabilizer which can prevent an abnormal reaction that may possibly occur during the preservation or transportation of methylalkoxysilane in a container to thereby realize the safety and to provide a stabilizing method using the same. **CONSTITUTION:** This stabilizer contains an epoxide selected from methyl glycidyl ether, ethyl glycidyl ether, phenyl glycidyl ether, styrene oxide, 1,2-epoxy-3- phenylpropane, ethylene glycol diglycidyl ether, diglycidyl ether, cyclohexene oxide and cyclohexadiene dioxide. In the method for stabilizing methylalkoxysilane, an epoxide is allowed to exist therewith. Among the epoxides, phenyl glycidyl ether or ethylene glycol diglycidyl ether is particularly desirable. It is desirable that the amount of the coexistent epoxide is  $1.0 \times 10^{-2}$  to  $10$  pts.wt., preferably  $1.0 \times 10^{-2}$  to  $5$  pts.wt. based on  $100$  pts.wt. methylalkoxysilane.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

特開平6-220417

(43) 公開日 平成6年(1994)8月9日

(51) Int.Cl. <sup>3</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 K 3/00		S 9155-4H		
C 0 8 K 5/54		7242-4 J		

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号	特願平5-8091	(71) 出願人	00002060 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(22) 出願日	平成5年(1993)1月21日	(72) 発明者	西野 裕二 新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28番地の 1 信越化学工業株式会社合成技術研究所 内
		(72) 発明者	山本 昭 新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28番地の 1 信越化学工業株式会社合成技術研究所 内
		(74) 代理人	弁理士 小宮 良雄

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 メチルジアルコキシシランの安定化剤および安定化方法

## (57) 【要約】

【目的】 メチルジアルコキシシランを容器などで保存あるいは輸送している場合などに生じるおそれのある異常反応を予防し、その安全性を図るメチルジアルコキシシランの安定化剤および安定化方法を提供する。

【構成】 メチルジアルコキシシランの安定化剤はメチルグリシジルエーテル、エチルグリシジルエーテル、フェニルグリシジルエーテル、スチレンオキシド、1, 2-エポキシ-3-フェニルプロパン、エチレングリコールジグリシジルエーテル、ジグリシジルエーテル、シクロヘキセンオキシド、シクロヘキサジエンジオキシドの中から選択されるエポキシド類を含む。メチルジアルコキシシランの安定化方法は、メチルジアルコキシシランにエポキシド類を共存させる。その中でもエポキシド類としては特にフェニルグリシジルエーテルまたはエチレングリコールジグリシジルエーテルがよい。エポキシド類の共存量は、メチルジアルコキシシラン 1 0 0 重量部に対し 1. 0 × 1 0<sup>-1</sup> 重量部～1 0 重量部、好ましくは 1. 0 × 1 0<sup>-1</sup> 重量部～5 重量部が望ましい。

1

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 メチルグリシジルエーテル、エチルグリシジルエーテル、フェニルグリシジルエーテル、ステレンオキシド、1, 2-エポキシ-3-フェニルプロパン、エチレンジグリコールジグリシジルエーテル、ジグリシジルエーテル、シクロヘキセンオキシド、シクロヘキサジエンジグリシジルエーテルまたはエチレンジグリコールジグリシジルエーテルが好ましく、特にフェニルグリシジルエーテルまたはエチレンジグリコールジグリシジルエーテルが好ましい。これらは単独で用いられてもよく、組み合わせられて用いられてもよい。

【請求項2】 メチルジアルコキシシランにエポキシド類を共存させることを特徴とするメチルジアルコキシシランの安定化方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、メチルジアルコキシシランの保存あるいは輸送時などの安全化を図るための安定化および安定化方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 メチルジアルコキシシランは有用な化合物で、各種有機ケイ素化合物やケイ素官能性ポリマーの製造中間体としてしばしば用いられている。メチルジアルコキシシランは分子中にSi-H結合およびアルコキシ基を有しており非常に反応性に富む。例えば不均化反応で容易にメチルシラン、メチルトリアルコキシシランに変わる。空気中の水分と脱水素反応を起こして水素やメチルトリアルコキシシランを生成することもある。こうした反応は保存あるいは輸送中などに保存容器の内圧を異常に上昇させるおそれがあり、メチルトリアルコキシシランはこれまでも危険性が懸念されていた。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は前記の課題を解決するためなされたもので、メチルジアルコキシシランを容器などで保存あるいは輸送している際に生じるおそれのある異常反応を予防し、その安全性を図るメチルジアルコキシシランの安定化方法を提供することを目的とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】 前記の目的を達成するためになされた本発明のメチルジアルコキシシランの安定化方法は、メチルジアルコキシシランにエポキシド類を共存させる。共存させるエポキシド類としては例えば、メチルグリシジルエーテル、エチルグリシジルエーテル、フェニルグリシジルエーテル、ステレンオキシド、

1, 2-エポキシ-3-フェニルプロパン、エチレンジグリコールジグリシジルエーテル、ジグリシジルエーテル、シクロヘキセンオキシド、シクロヘキサジエンジグリシジルエーテル、中でもフェニルグリシジルエーテル、エチレンジグリコールジグリシジルエーテルまたはシクロヘキサジエンジグリシジルエーテルが好ましく、特にフェニルグリシジルエーテルまたはエチレンジグリコールジグリシジルエーテルが好ましい。これらは単独で用いられてもよく、組み合わせられて用いられてもよい。

【0005】 エポキシド類によって安定化されるメチルジアルコキシシランとしてはメチルジメトキシシラン、メチルジエトキシシランが挙げられる。その他にも例えばメチルジイソプロポキシシランが挙げられる。安定化にあたってのメチルジアルコキシシランとのエポキシド類の共存量は、メチルジアルコキシシラン100重量部に対し1.0×10<sup>-3</sup>重量部～10重量部、好ましくは1.0×10<sup>-3</sup>重量部～5重量部が望ましい。

【0006】 このような安定化方法によると、メチルジアルコキシシランを常温下でも、また50℃というかなり高温下でも安定的に保管することができる。

【0007】

【発明の効果】 以上、詳細に説明したように本発明のメチルジアルコキシシランの安定化剤を使用した安定化方法によれば、メチルジアルコキシシランを常温下でも、また50℃というかなり高温下でも化学的に安定的に保管できる。保存あるいは輸送中、保存容器の内圧が異常に上昇するおそれはほとんどない。メチルジアルコキシシランの取扱いの危険性が大幅に解消されることになる。

【0008】

【実施例】 以下、本発明の実施例を説明する。

【0009】 実施例1

メチルジメトキシシラン10gに対して0.01gのフェニルグリシジルエーテルを添加し、20ミリリットルのガラスサンプルびん中に2日間、25℃下で保存した。保存期間経過後、サンプルびん中のメチルジメトキシシランの残存量とメチルトリメトキシシランの生成量をガスクロマトグラフィーによって調べた。結果を表1に示す。

【0010】

【表1】

表 1

	安 定 剤	メチルジメトキシシランの 純度 (%) (残存率)	生成されていた メチルトリメトキシシランの 濃度 (%)
実 1	フェニルグリシジルエーテル	99.92	0.08
実 2	エチレングリコールジグリシジル エーテル	99.91	0.09
実 3	シクロヘキセンオキシド	99.85	0.15
比 1	無添加	96.25	3.75

## 【0011】実施例2、3

実施例1と同様にしたが、フェニルグリシジルエーテルを使用しない代わりにエチレングリコールジグリシジルエーテルまたはシクロヘキセンオキシドを使用した。結果を表1に示す。

## 【0012】比較例1

フェニルグリシジルエーテルなどのエポキシド類を添加することなく、メチルジメトキシシラン10gを20ミ  
リットルのガラスサンプルびん中で22日間、25℃  
で保存した。保存期間経過後、サンプルびん中のメチ  
ルジメトキシシランの残存量とメチルトリメトキシシ  
ランの生成量をガスクロマトグラフィーによって調べた。  
結果を表1に示す。

【0013】実施例1～3、比較例1の結果から、メチ  
表 2

	安 定 剤	メチルジメトキシシランの 純度 (%) (残存率)	生成されていた メチルトリメトキシシランの 濃度 (%)
実 4	フェニルグリシジルエーテル	99.92	0.08
実 5	エチレングリコールジグリシジル エーテル	99.90	0.10
実 6	シクロヘキセンオキシド	99.83	0.17
比 2	無添加	94.21	5.79

## 【0016】実施例5、6

実施例4と同様にしたが、フェニルグリシジルエーテル  
を使用しない代わりにエチレングリコールジグリシジル  
エーテルまたはシクロヘキセンオキシドを使用した。結  
果を表2に示す。

## 【0017】比較例2

フェニルグリシジルエーテルなどのエポキシド類を添加  
することなく、メチルジメトキシシラン20gを50℃  
の油浴で24時間加熱した。その後、油浴中のメチルジ  
メトキシシランの残存量とメチルトリメトキシシランの  
生成量をガスクロマトグラフィーによって調べた。結果  
を表2に示す。

メチルジメトキシシランに対しフェニルグリシジルエー  
テル、エチレングリコールジグリシジルエーテルにはいづ  
れも優れた保存安定性効果のあることが分かった。シク  
ロヘキセンオキシドにも保存安定性効果のあることが分  
かった。

## 【0014】実施例4

メチルジメトキシシラン20gに対して0.2gのフェ  
ニルグリシジルエーテルを添加し、50℃の油浴で24  
時間加熱した。その後、油浴中のメチルジメトキシシ  
ランの残存量とメチルトリメトキシシランの生成量をガ  
スクロマトグラフィーによって調べた。結果を表2に示  
す。

## 【0015】

## 【表2】

【0018】実施例4～6、比較例2の結果から、メチ  
ルジメトキシシランに対し、フェニルグリシジルエー  
テル、エチレングリコールジグリシジルエーテルにはいづ  
れも優れた熱安定性効果のあることが分かった。シク  
ロヘキセンオキシドにも熱安定性効果のあることが分かつ  
た。

## 【0019】実施例7～9、比較例3

メチルジメトキシシランをメチルジエトキシシランに変  
えた以外は実施例1～3、比較例1と同様に実施し、メ  
チルジエトキシシランの残存量とメチルトリエトキシシ  
ランの生成量をガスクロマトグラフィーによって調べた。  
結果を表3に示す。

[0020]

\* \* [表3]

表 3

	安 定 剤	メチルジエトキシシランの 純度 (%) (残存率)	生成されていた メチルトリエトキシシランの 濃度 (%)
実 7	フェニルグリシジルエーテル	99.95	0.05
実 8	エチレングリコールジグリシジルエーテル	99.96	0.04
実 9	シクロヘキセノキシド	99.01	0.09
比 3	無添加	96.33	3.67

[0021] 実施例7～9、比較例3の結果から、メチルジエトキシシランに対し、フェニルグリシジルエーテル、エチレングリコールジグリシジルエーテルにはいづれも優れた保存安定性効果のあることが分かった。シクロヘキセンオキシドにも保存安定性効果のあることが分かった。

[0022] 実施例10～12、比較例4

※メチルジメトキシシランをメチルジエトキシシランに変えた以外は実施例4～6、比較例2と同様に実施した。メチルジエトキシシランの残存量とメチルトリエトキシシランの生成量をガスクロマトグラフィーによって調べた。結果を表4に示す。

[0023]

※20 [表4]

表 4

	安 定 剤	メチルジエトキシシランの 純度 (%) (残存率)	生成されていた メチルトリエトキシシランの 濃度 (%)
実 10	フェニルグリシジルエーテル	99.95	0.05
実 11	エチレングリコールジグリシジルエーテル	99.95	0.05
実 12	シクロヘキセノキシド	99.79	0.21
比 4	無添加	94.55	5.45

[0024] 実施例10～12、比較例4の結果から、メチルジエトキシシランに対し、フェニルグリシジルエーテル、エチレングリコールジグリシジルエーテルには

いづれも優れた熱安定性効果のあることが分かった。シクロヘキセンオキシドにも熱安定性効果のあることが分かった。

フロントページの続き

(72)発明者 遠藤 幹夫

新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28番地の

1 信越化学工業株式会社合成技術研究所

内